



FACULDADE DE
MEDICINA DENTÁRIA
UNIVERSIDADE DO PORTO

ESTUDO COMPARATIVO DE DUAS FORMAS COMERCIAIS DE CIMENTOS DE AGREGADO TRIÓXIDO MINERAL

Monografia de Investigação

Mestrado Integrado em Medicina Dentária da Universidade do Porto

Sara Fradinho Arrais

Porto
2015



FACULDADE DE
MEDICINA DENTÁRIA
UNIVERSIDADE DO PORTO

Monografia de Investigação

Mestrado Integrado em Medicina Dentária

ESTUDO COMPARATIVO DE DUAS FORMAS COMERCIAIS DE CIMENTOS DE AGREGADO DE TRIÓXIDO MINERAL

Sara Fradinho Arrais

Aluna do 5º ano do Mestrado Integrado da FMDUP

saraarrais@hotmail.com

Orientadora: Professora Doutora Ana Isabel Pereira Portela
Professora Auxiliar da FMDUP

Co-orientador: Professor Doutor Mário Ramalho de Vasconcelos
Professor Associado com Agregação da FMDUP

PORTO

2015

Aos meus pais,
A quem tudo devo.

AGRADECIMENTOS

À minha orientadora, Professora Doutora Ana Isabel Pereira Portela, agradeço pela dedicação e disponibilidade sempre demonstradas. Pela paciência para uma aluna inexperiente no meio da investigação. Obrigada por transmitir os seus conhecimentos e ideias e por ter sido um estímulo constante ao longo de todo o período de trabalho.

Ao Professor Doutor Mário Ramalho de Vasconcelos, pela coorientação desta monografia e por toda a ajuda disponibilizada.

Ao Professor Doutor Álvaro Amadeu Ferreira de Azevedo pela transmissão dos seus conhecimentos e auxílio no tratamento estatístico.

Ao Professor Doutor João Miguel Silva e Costa Rodrigues, um agradecimento especial pela colaboração na interpretação de alguns conceitos e por ter disponibilizado meios técnicos no Laboratório de Metabolismo e Regeneração Óssea da Faculdade de Medicina Dentária da Universidade do Porto.

À D^a Ana do Laboratório de Anatomia Dentária pela amizade, ajuda e disponibilidade fulcrais na realização da fase experimental deste trabalho.

Ao Sr Eduardo, por ter disponibilizado o seu conhecimento e os meios técnicos do Departamento de Imagiologia da Faculdade de Medicina Dentária da Universidade do Porto.

À Dr^a Joana Tavares da Douromed por ter fornecido uma parte de um dos materiais estudados.

Aos meus amigos de Faculdade, Tânia Monteiro, Angela Simões, André Vieira, Catarina Menezes, Juliana Loureiro, Andreia Magno e, em especial, à minha binómia Rosa Mariano por ter sempre caminhado comigo e por ter sido a minha família do outro lado do atlântico. Obrigada a todos pelos serões de estudo e noites de farra. Pela amizade e companheirismo em todas as horas e por terem sido pilares fundamentais durante estes cinco anos.

Aos meus amigos de “lá”. À Maria João Castro, à Joana Lemos, ao Gonçalo Lopes, à Mafalda Tavares, ao Ivan Lopes, à Liliana Teixeira, à Rafaela Silva, ao João Teles, ao Rui Sousa, ao Hugo Carvalho. Meus amigos de infância. Pela amizade construída desde sempre, para sempre. Obrigada pelas tardes, noites e dias de tudo e de coisa nenhuma, de histórias repetidas e memórias construídas.

Ao João Paquete por ter conseguido o feito de tornar o léxico insuficiente de conteúdo para que possa explicar tudo o que significa para mim e o que trouxe à minha vida. Obrigada pelo companheirismo, apoio incondicional e por me fazer feliz.

Aos meus avós, pelo amor extremo, carinho e atenção.

Ao meu irmão, pelo amor, amizade e por todo apoio. Por ser o maior cúmplice em todas as etapas da minha vida.

Aos meus pais, teço o maior agradecimento. Por estarem presentes em todos os momentos da minha vida, pelo amor e dedicação. Obrigada pelo apoio total e por me terem proporcionado Educação de qualidade. Por me fazerem acreditar que com trabalho e dedicação, tudo é possível. Tudo se deve a vocês.

ÍNDICE GERAL

Agradecimentos.....	Página iii
Índice geral.....	Página v
Lista de tabelas, figuras e gráficos.....	Página vi
Lista de abreviaturas e siglas.....	Página vii
Lista de símbolos.....	Página viii
Resumo.....	Página ix
Abstract.....	Página x
Introdução.....	Página 11
Objetivos.....	Página 14
Material e métodos.....	Página 16
3.1. Tempo de presa.....	Página 18
3.2. Radiopacidade.....	Página 19
3.3. Potencial hidrogeniônico.....	Página 20
3.4. Análise estatística.....	Página 21
Resultados.....	Página 22
Discussão.....	Página 27
Conclusão.....	Página 33
Bibliografia.....	Página 35
Anexos.....	Página 44
Anexo I – Tratamento estatístico dos resultados do teste do tempo de presa.....	Página 45
Anexo II – Tratamento estatístico dos resultados do teste da radiopacidade.....	Página 47
Anexo III – Tratamento de dados dos resultados do teste do pH.....	Página 48
Anexo IV – Declaração de autoria do trabalho apresentado.....	Página 49
Anexo V – Parecer do orientador para entrega do trabalho apresentado.....	Página 50

LISTA DE TABELAS, FIGURAS E GRÁFICOS

MATERIAL E MÉTODOS

Tabela I - Composição química em w/% do dos cimentos silico-cálcicos ProRoot MTA e EndoCem MTA

Fig. 1 Apresentação comercial dos materiais estudados. ProRoot MTA (A) e EndoCem MTA (B).

Fig. 2 Pó e líquido ProRoot MTA (A) e EndoCem MTA (B) antes da mistura.

Fig.3 Sequência da técnica para execução do teste de tempo de endurecimento. **A** Molde de gesso vazio **B** Molde preenchido com cimento **E** Agulha de Gillmore no cimento **D** Indentações no cimento, depois de efetuado o teste.

Fig.4 A ProRoot MTA (branco) e EndoCem (castanho) nos anéis metálicos **B** Amostras preparadas de ProRoot e MTA 10mmx1mm

Fig.5 A Amostras e escada de alumínio sobre a película oclusal **B** Cone do aparelho imagiológico para obtenção da imagem radiográfica dos materiais.

Fig.6 Determinação do pH das amostras com medidor de pH digital.

RESULTADOS

Tabela II – Média e desvio padrão da Radiopacidade (mm Al) e tempo de presa (min) do ProRoot MTA e EndoCem MTA. Valores

Fig.7 Imagem radiográfica das amostras de ProRoot MTA (A, C, D) e EndoCem MTA (B, E, F).

Fig. 8 Determinação da densidade radiográfica (em pixels) dos degraus da escada de alumínio e das amostras de ProRoot MTA e EndoCem MTA na ferramenta “Histograma” do software Adobe Photoshop 8.0 (EUA).

Tabela III – Densidade Radiográfica dos degraus da escada de alumínio (pixel)

Tabela IV – Média das Densidades Radiográficas do ProRoot MTA e EndoCem MTA.

Gráfico 1 – Determinação da densidade radiográfica do ProRoot MTA e do EndoCem MTA em mm Al através da linha de tendência da variação de densidade radiográfica ao longo dos degraus da escada de alumínio.

Gráfico 2 – Variação do valor de pH do meio de pH neutro quando em contacto com ProRoot MTA e EndoCem MTA ao longo de dez dias.

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

Al₂O₃	Óxido de Alumínio
Bi₂O₃	Óxido de Bismuto
CaO	Óxido de Cálcio
CO₂	Dióxido de Carbono
DPI	Dots Per Inch
DR	Densidade Radiográfica
EUA	Estados Unidos da América
Fig	Figura
FDA	Food and Drugs Administration
Fe₂O₃	Óxido de Ferro
GMTA	Agregado de Trióxido Mineral Cinzento
H⁺	Ião de Hidrogénio
H₂O	Água
ISO	Organização Internacional para Standarderização
MgO	Óxido de Magnésio
mol/L	Concentração molar
MTA	Agregado de Trióxido Mineral
log	Logarítmo
pH	Potencial Hidrogeniónico
OK	Oklahoma
SBF	Fluido corporal simulado
SiO₂	Óxido de Silício
SO₃	Óxidod e Enxofre
TIFF	Tagged Image File Format
TiO₂	Óxido de Titânio
USA	Estados Unidos da América
WMTA	Agregado de Trióxido Mineral Branco

LISTA DE SÍMBOLOS

w/%	Porcentagem por peso
ml	Mililitro
mm	Milímetro
°C	Graus Celsius
min	Minuto
kV	Kilovolt
mA	Miliampere
cm	Centímetro
h	Hora
mm/Al	Milímetros de alumínio
g	Gramma

RESUMO

Introdução: O agregado de trióxido mineral é um biomaterial com inúmeras aplicações na área da Medicina Dentária. O cimento de agregado de trióxido mineral mais utilizado e com maior referência na literatura pertence à Dentsply (Tulsa Dental, Tulsa, OK, USA) – ProRoot MTA. No entanto, apesar deste tipo de cimentos apresentar excelentes resultados clínicos, tem ainda algumas limitações, como dificuldade de manipulação e elevado tempo de endurecimento. Com o objetivo de colmatar as desvantagens dos cimentos silico-cálcicos já existentes, foi desenvolvido o cimento EndoCem MTA (Maruchi, Wonju-si, Korea)

Objetivos: Pretendeu-se avaliar o tempo de presa, a radiopacidade e o potencial hidrogeniônico do EndoCem MTA, comparativamente ao ProRoot MTA, de forma a determinar se o primeiro supera as desvantagens apontadas ao segundo.

Material e Métodos: Para cada um dos testes (tempo de presa e radiopacidade) foram preparadas amostras de ProRoot MTA e EndoCem MTA (n=3 por grupo) com 10mm de diâmetro x 1mm de espessura, a temperatura de $(37 \pm 1) ^\circ\text{C}$ e humidade relativa não inferior a 95%. Ambos foram realizados ao abrigo da norma ISO 6876:2012. O tempo de presa foi medido com agulha de Gillmore, até que esta não provocasse nenhuma indentação na amostra. No teste da radiopacidade, as amostras foram radiografadas com escada de alumínio e a imagem radiográfica foi digitalizada e analisada em software de computador. Foram determinadas as densidades radiográficas de cada amostra e os valores convertidos para milímetros de alumínio. Para o teste do pH foram preparadas 3 amostras de cada material com 5mm de diâmetro x 1mm de espessura, que foram colocados em água desionizada durante 10 dias. O pH foi medido, durante esse período, de 24 em 24 horas com medidor de pH digital.

Resultados: O tempo de presa foi de 318 min para o ProRoot MTA e 17 min para o EndoCem MTA ($p \leq 0,05$). O ProRoot MTA apresentou radiopacidade equivalente a 4,70 mm Al e o EndoCem MTA 3,83 mm Al ($p \leq 0,05$). O pH de ambos os cimentos manteve-se alcalino durante todo o período de estudo.

Conclusão: O cimento silico-cálcico EndoCem MTA apresenta valores de tempo de presa, radiopacidade e pH que possibilitam a sua utilização na prática clínica de Medicina Dentária como alternativa ao cimento silico-cálcico ProRoot MTA.

Palavras-Chave: Cimento silico-cálcico; ProRoot MTA; EndoCem MTA; Tempo de presa; Radiopacidade; pH

ABSTRACT

Introduction: Mineral trioxide aggregate is a biomaterial with numerous applications in Dental Medicine. The most referenced one belongs to Dentsply (Tulsa Dental, Tulsa, Ok, USA) - ProRoot MTA. However, despite this type of cements exhibit excellent clinical results, they still have some drawbacks such as hard manipulation and long setting time. In order to solve the disadvantages of the existent calcium silicate-based cements, a new one was developed - EndoCem (MTA Maruchi , Wonju -si Korea).

Objectives: The aim of this study was to compare the setting time, radiopacity and pH of EndoCem MTA and ProRoot MTA in order to determine whether the first one overcomes the disadvantages of the second one.

Material and Methods: For each test (setting time and radiopacity) were prepared 3 samples of ProRoot MTA and EndoCem MTA (n=3 per group) with 10mm diameter x 1mm thickness, at $(37 \pm 1)^{\circ}\text{C}$ temperature and relative humidity not less than 95 %. Both were made following the recommendations of ISO 6876:2012. The setting time was measured with Gillmore needle until it did not make any indentation on the sample. In the test of radiopacity, the samples were x-rayed with an aluminum step wedge and the radiographic image was scanned and analyzed with a computer software. Radiographic densities were determined for each sample and the values converted into millimeters of aluminum. For the test of pH, 3 samples of each material were prepared with a diameter of 5mm x 1mm thickness, which were placed in deionized water for 10 days. The pH was measured during this period 24 to 24 hours with a digital pH meter.

Results: The ProRoot MTA exhibited a setting time of 318 min and EndoCem MTA 17 min ($p \leq 0.05$). The ProRoot MTA presented radiopacity equivalent to 4.70 mm Al and EndoCem MTA 3.83 mm Al ($p \leq 0.05$). The pH of both cements remained alkaline throughout the study period.

Conclusion: The values of setting time, radiopacity and pH of the calcium silicate-based cement EndoCem MTA allow to conclude that it can be used in clinical practice of Dental Medicine as an alternative to the calcium silicate-based cement ProRoot MTA.

Keywords: Silico calcium based-cement; ProRoot MTA; EndoCem MTA; Setting time; Radiopacity; pH

INTRODUÇÃO

INTRODUÇÃO

O conceito de biomaterial refere-se a um material que tem como função mimetizar partes ou funções do corpo humano, sem lhe causar danos. A utilização de materiais sintéticos para substituir, restaurar ou aumentar os tecidos biológicos dentários constitui, desde sempre, um dos principais desafios da Medicina Dentária. Para exercer a função pretendida e estimular uma resposta adequada dos tecidos vivos, os biomateriais devem apresentar um conjunto satisfatório de propriedades físicas, químicas e biológicas⁽¹⁻⁴⁾.

A grande concorrência entre empresas responsáveis pelo desenvolvimento de biomateriais conduziu a um rápido progresso nesta área, traduzido na síntese de novos produtos e no aprofundamento das suas interações com os tecidos biológicos. Neste âmbito, os cimentos silico-cálcicos, biomateriais à base de sílica e cálcio, têm sido amplamente estudados e desenvolvidos. De entre os mesmos, destaca-se o Agregado de Trióxido Mineral (MTA) que é um material biocompatível com elevada capacidade de selamento marginal e baixa toxicidade comparativamente com materiais endodônticos convencionais⁽⁵⁻⁸⁾. Foi idealizado pelo Dr. Mohamed Torabinejad da Universidade de Loma Linda (Califórnia – EUA) em 1990, com o objetivo de selar comunicações entre o dente e as superfícies externas⁽⁹⁾. Em 1993 foi descrito pela primeira vez na literatura por Lee *et al.*⁽⁵⁾ que sugeriram a sua utilização em casos de perfurações em dentes humanos. Entretanto, surgiram inúmeros trabalhos com o intuito de investigar as suas propriedades físico-químicas e o seu comportamento como material endodôntico. Os resultados apontaram excelentes propriedades físicas⁽¹⁰⁻¹⁴⁾, químicas⁽¹⁰⁻¹⁷⁾ e biológicas⁽¹⁸⁻²²⁾. Este biomaterial foi avaliado e aprovado pela FDA em 1999^(15,23) passando a ser comercializado com o nome de ProRoot MTA (Tulsa Dental Products, Tulsa, OK, USA). É composto por vários óxidos minerais que são responsáveis pelas suas propriedades físicas e químicas⁽¹¹⁾.

O MTA tem aplicações cirúrgicas e não-cirúrgicas. Vários estudos demonstraram as suas excelentes propriedades em tratamentos pulpares (pulpotomia, forramento de cavidades e proteção pulpar direta)⁽²⁴⁾ e de canais radiculares (reparação de perfurações na zona de furca, reabsorções radiculares, e apexificação)⁽²⁵⁻²⁸⁾. Para além disso, aparenta ser o material com melhores propriedades para aplicação endodôntica por não ser tóxico, não sofrer reabsorção, ser radiopaco, bacteriostático e bactericida e por oferecer um excelente selamento⁽²⁹⁻³³⁾. O MTA é ideal para ser aplicado junto ao osso por ser o único que permite considerável deposição de cemento, formação óssea e facilidade na regeneração do

ligamento periodontal⁽³³⁾. As capacidades de reparação do MTA podem ser atribuídas às suas propriedades antimicrobianas e ao pH alcalino que é, inicialmente, de 10,5 e que aumenta para 12,5 ao fim de três horas^(34,35).

Apesar de a literatura mostrar diversos estudos que avaliam as propriedades físicas, químicas e biológicas dos materiais à base de MTA, com maior enfoque nos cimentos endodônticos, o emprego de MTA na composição destes cimentos traz algumas limitações clínicas, maioritariamente quando utilizados nos procedimentos de retro obturação e proteção pulpar, por apresentarem difícil manipulação e longo tempo de presa (não inferior a 4 horas, segundo o fabricante). Para além disso, tem um custo elevado, é difícil de remover e sofre alteração de cor com o passar do tempo ^(15,36-39). Existe, também, a limitação de a estrutura da superfície e as propriedades físicas se deteriorarem quando o MTA toma contacto com sangue e outros fluidos o que pode conduzir ao insucesso do tratamento ⁽⁴⁰⁻⁴³⁾.

No entanto, a composição dos cimentos a base de MTA pode ser modificada com o intuito de melhorar as suas propriedades. Alguns estudos demonstraram que a adição de outras fontes de cálcio na composição de cimentos a base de MTA pode reduzir o tempo de presa e induzir a formação de apatite ^(35, 42, 44). No entanto, nem sempre é possível manter as propriedades físicas do MTA durante este processo ^(44,45). Assim, tem-se tentado desenvolver materiais silico-cálcicos (MTA modificado)^(43,46-48), como é o caso do EndoCem (Maruchi, Wonju, Korea) que se trata de um novo tipo de MTA derivado do cimento de pozolanas, aprovado em 2012 pela US Food and Drug Administration, com biocompatibilidade e capacidade de osteogénese equiparada ao MTA convencional⁽⁴⁷⁾. A sua composição química é similar à do MTA, tendo a vantagem de apresentar menor tempo de presa e maior facilidade de manipulação⁽⁴⁶⁻⁴⁸⁾.

OBJETIVOS

OBJETIVOS

O presente trabalho teve como objetivo avaliar, através de estudos *in-vitro*, o tempo de presa, a radiopacidade e o potencial hidrogeniônico do cimento endodôntico silico-cálcico EndoCem MTA – MARUCHI (Wonju-si, Korea), comparando-o com o cimento silico-cálcico ProRoot MTA – DENTSPLY (Tulsa Dental, Tulsa, OK, USA). Pretende-se determinar se as características do relativamente recente cimento EndoCem colmatam as desvantagens do bem estudado cimento ProRoot MTA, por forma a ser uma alternativa a aplicar na prática clínica de Medicina Dentária.

MATERIAL E MÉTODOS

1. MATERIAL E MÉTODOS

Os cimentos avaliados neste estudo foram o White ProRoot MTA (WMTA, Lot No.12002493; Dentsply Tulsa, OK, USA) e Endocem MTA (Lot No. D1403170411; Maruchi, Wonju-si, South Korea), cujas composições químicas estão listadas na tabela I.

Tabela I: Composição química em w/% do dos cimentos silico-cálcicos ProRoot MTA e EndoCem MTA^(49, 50).

	ProRoot MTA	EndoCem MTA
Bi ₂ O ₃	16,13	11,00
CaO	44,16	46,70
Al ₂ O ₃	1,87	5,43
SiO ₂	21,25	12,80
MgO	1,36	3,03
Fe ₂ O ₃	0,39	2,32
SO ₃	0,55	2,36
TiO ₂	0,09	0,21
H ₂ O/CO ₂	13,51	14,5

Os testes foram realizados no Laboratório de Materiais Dentários da Faculdade de Medicina Dentária da Universidade do Porto, tratando-se de um estudo experimental *in vitro*. Os ensaios realizados foram baseados na norma ISO 6876:2012, específica para materiais seladores de canais radiculares. Os materiais foram preparados segundo as instruções dos fabricantes.

ProRoot MTA (Fig 1A): Espatular o pó da saqueta de 1g com 0,35ml de água desionizada.

EndoCem MTA (Fig. 2B): Espatular 300mg de EndoCem com 0,12ml de água desionizada.

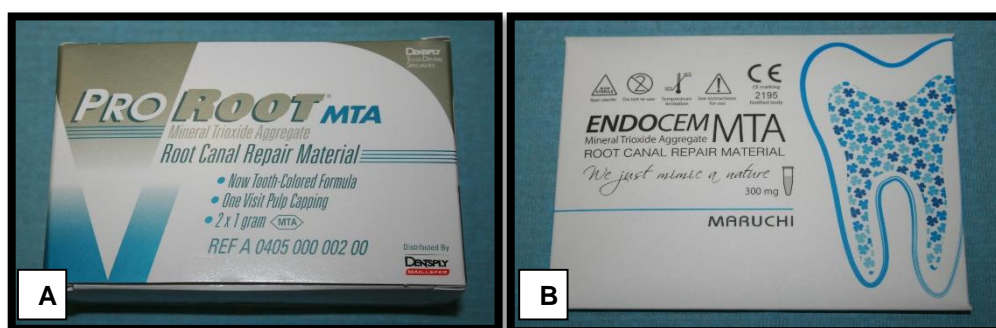


Fig. 1 Apresentação comercial dos materiais estudados. ProRoot MTA (A) e EndoCem MTA (B).

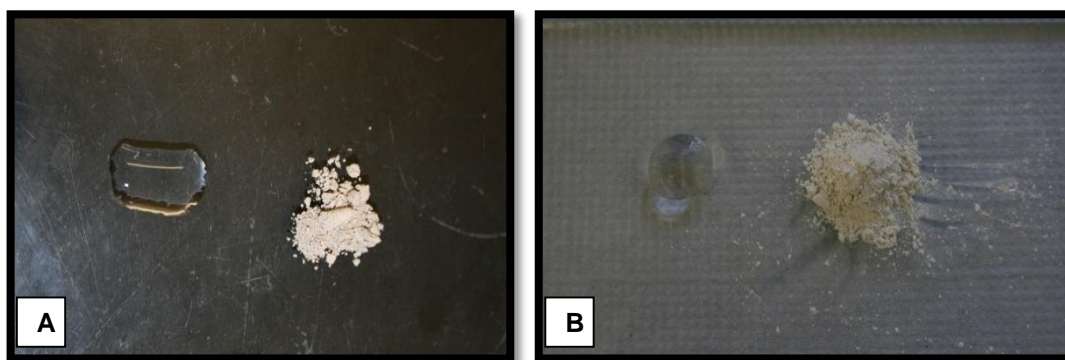


Fig. 2 Pó e líquido ProRoot MTA (A) e EndoCem MTA (B) antes da mistura.

3.1 Tempo de presa

Para cada cimento, foram confeccionadas 3 amostras com diâmetro de 10 mm e altura de 1 mm, tendo sido utilizados moldes de gesso para o efeito (Fig. 3A). Os cimentos recém-espatulados foram inseridos nos moldes sobre uma placa de vidro (Fig. 3B). Outra placa foi colocada sobre os anéis comprimindo-os para planificar as superfícies das amostras. Estas foram mantidas a temperatura de $(37 \pm 1)^\circ\text{C}$ e humidade relativa não inferior a 95%. Como descrito na norma, a agulha de Gillmore ($100 \pm 0,5\text{g}$ de massa e com ponta de diâmetro $(2,0 \pm 0,1)\text{ mm}$) foi, cuidadosamente, deslocada na posição vertical sobre as superfícies horizontais das amostras (Fig. 3C). Foram registados os tempos decorridos desde o início da espatulação até o momento em que não foi possível visualizar uma indentação (Fig. 3D). O tempo de presa foi determinado pela média dos três resultados dos ensaios para cada grupo experimental.

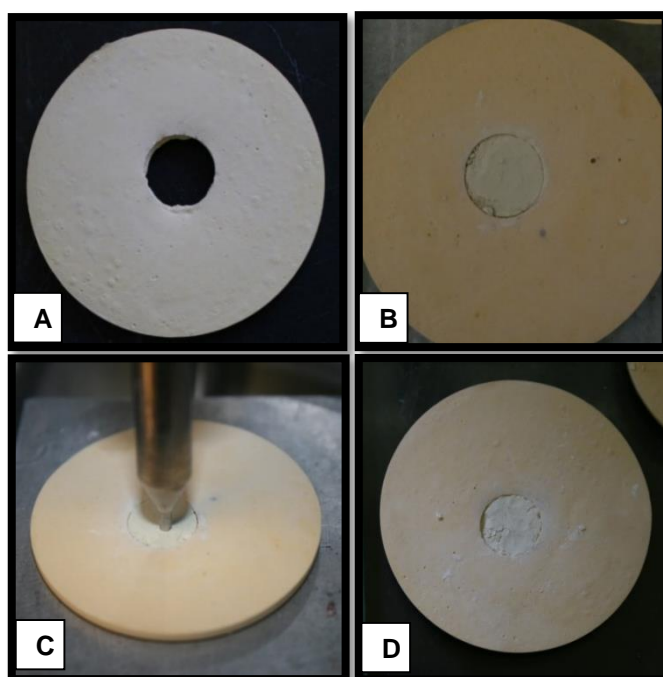


Fig.3 Sequência da técnica para execução do teste de tempo de endurecimento.

A Molde de gesso vazio

B Molde preenchido com cimento

C Agulha de Gillmore sobre o cimento

D Indentações no cimento, depois de efetuado o teste.

3.2. Radiopacidade

Foram utilizados anéis metálicos com 10 mm de diâmetro interno e 1 mm de espessura para confeccionar 3 amostras para cada cimento. Os cimentos recém-espatulados foram inseridos nos anéis sobre uma placa de vidro revestida com material isolador (Fig. 4A e 4B).

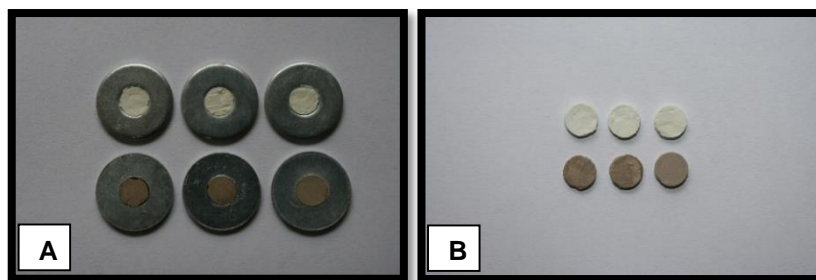


Fig.4 A ProRoot MTA (branco) e EndoCem (castanho) nos anéis metálicos **B** Amostras preparadas de ProRoot e MTA 10mmx1mm

O conjunto foi mantido em estufa a $(37 \pm 1)^{\circ}\text{C}$ e 95% de humidade relativa. As amostras foram colocados sobre uma película radiográfica (de forma aleatória, tendo sido anotada a sua posição (A-F)). Juntamente com as amostras, foi colocada uma escada de alumínio constituída por 98% de alumínio puro para permitir a análise da densidade radiográfica. A escada é composta por 9 degraus de alumínio com espessura de 1 mm (Fig. 5 A).

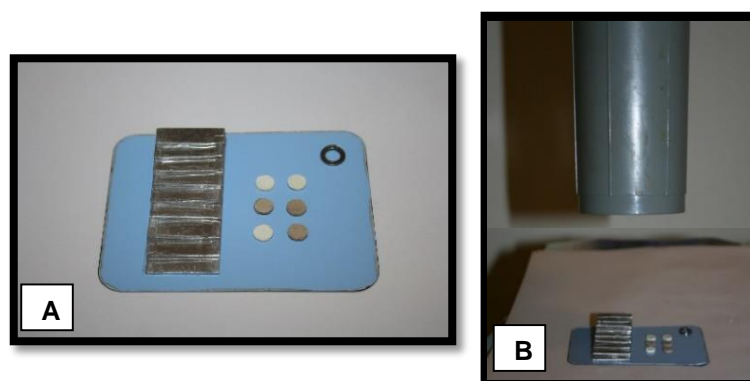


Fig.5 A Amostras e escada de alumínio sobre a película oclusal **B** Cone do aparelho imagiológico utilizado para obtenção da imagem radiográfica dos materiais.

O filme foi sensibilizado com disparo com 70kV, 7mA e um tempo de exposição de 0,25 segundos, a $(30 \pm 1\text{cm})$ de distância (Fig. 5 B).

A imagem radiográfica foi processada numa máquina de revelação automática (Gendex DenOptix QST Digital Dental Imaging System - EUA), tendo sido obtida imagem arquivada com resolução de 300 DPI, em formato TIFF. Não foi realizada nenhuma alteração no brilho e/ou contraste. Os valores de radiopacidade foram obtidos através de um método utilizado por Viapiana *et al* 2014 ⁽⁵¹⁾. Assim, foi feita leitura da densidade radiográfica (DR) em 3 pontos de cada amostra, com a ferramenta “Histograma” do programa Adobe Photoshop 8.0 (EUA). Neste software, as densidades radiográficas foram limitadas entre 0 e 250 pixel, sendo que 0 pixel representava total radiolucidez (preto) e 250 pixel total radiopacidade (branco). Foram obtidas as médias dos tons de cinza para todos os degraus da escala de alumínio e para os corpos de prova dos cimentos estudados. De seguida, foi elaborado um gráfico com a espessura de alumínio (mm) x densidade radiográfica (pixel) e determinada uma linha de tendência logarítmica que melhor se adaptasse aos pontos obtidos. Os valores de densidade radiográfica em mm de alumínio (mm Al) dos cimentos estudados foram obtido através da equação da linha de tendência.

3.3. Potencial hidrogeniônico

Três amostras de cada um dos cimentos estudados foram preparadas e colocadas em anéis de metal de 5 mm de diâmetro e 1 mm de espessura, permanecendo durante 24h em condições de temperatura de $(37 \pm 1)^{\circ}\text{C}$ e humidade relativa não inferior a 95%. Depois, foram colocadas em frascos contendo 10ml de água desionizada, nos quais foi medido o pH durante 10 dias, com medidor de pH (GLP meter pH 540, Aldrich, EUA) (Fig. 6). Entre cada medição, o eletrodo do medidor de pH foi lavado com água destilada e seco. Para a calibração, em todas as medições foi usada uma solução de SBF (pH 7,2).

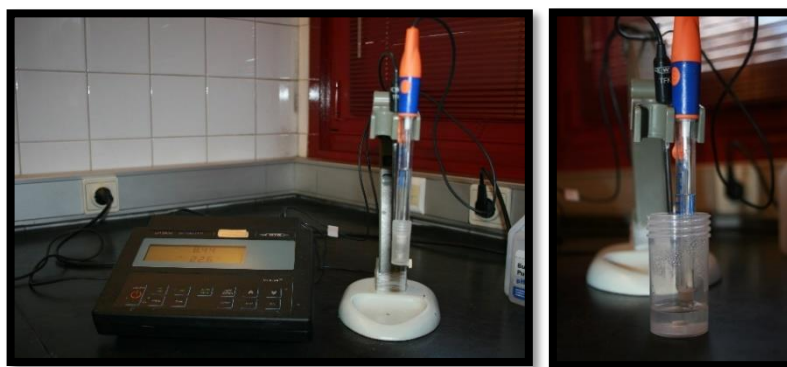


Fig.6 Determinação do pH das amostras com medidor de pH digital.

3.4. Análise estatística

Para o tratamento estatístico dos dados foi utilizado o programa informático SPSS para Windows 8 - IBM SPSS Statistics 22.0. Foi aplicado o teste não paramétrico de Mann-Whitney ($p \leq 0,05$).

RESULTADOS

RESULTADOS

Os valores obtidos referentes ao tempo de presa e à radiopacidade estão indicados na tabela II. Verificou-se que tanto os valores de tempo de presa como de radiopacidade do EndoCem foram inferiores aos do ProRoot MTA, tendo sido observadas diferenças estatisticamente significativas ($p \leq 0,05$). Ambos os cimentos apresentaram valores de pH alcalinos durante todo o período de teste (10 dias), apesar de o EndoCem ter apresentado pH inferior ao ProRoot durante aquele intervalo de tempo (Gráfico 2).

Tabela II: Média e desvio padrão do tempo de presa (min) e da radiopacidade (mm Al) do ProRoot MTA e EndoCem MTA.

Material	Tempo de presa (min)	Radiopacidade (mm Al)
ProRoot MTA	318 (0,33)a	4,70 (7,33)a
EndoCem MTA	17 (0,42)b	3,83 (6,66)b

Diferentes letras (a,b) indicam diferenças estatisticamente significativas. Teste Mann-Whitney ($p \leq 0,05$).

Segue-se a imagem radiográfica obtida das amostras de ProRoot MTA e de EndoCem MTA, juntamente com a estada de alumínio para permitir a análise da densidade radiográfica (Fig.7).

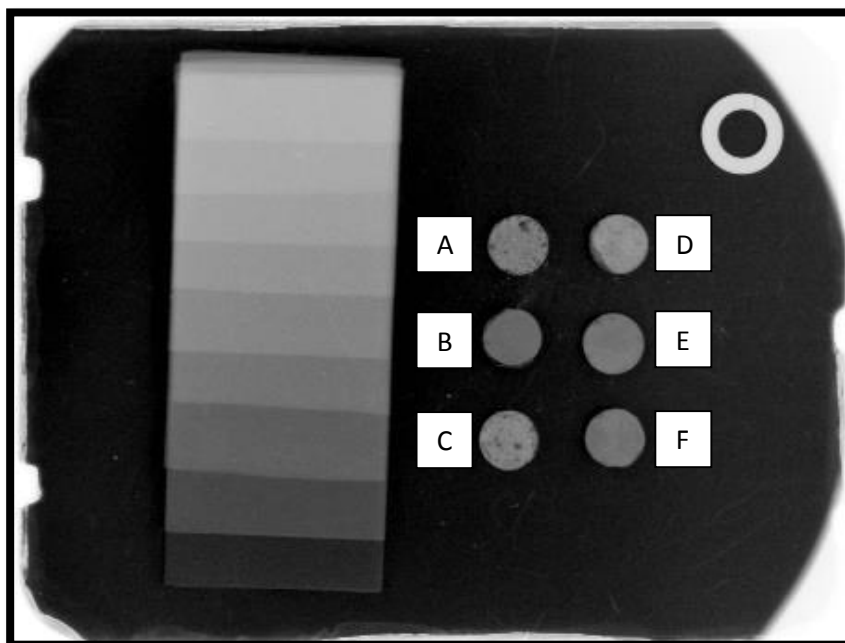


Fig.7 Imagem radiográfica das amostras de ProRoot MTA (A, C, D) e EndoCem MTA (B, E, F).

Os valores de DR foram obtidos na ferramenta “Histograma” do Adobe Photoshop 8.0 (EUA) medindo 3 pontos em cada um dos degraus da escada de alumínio e três pontos em cada amostra (Fig.8).

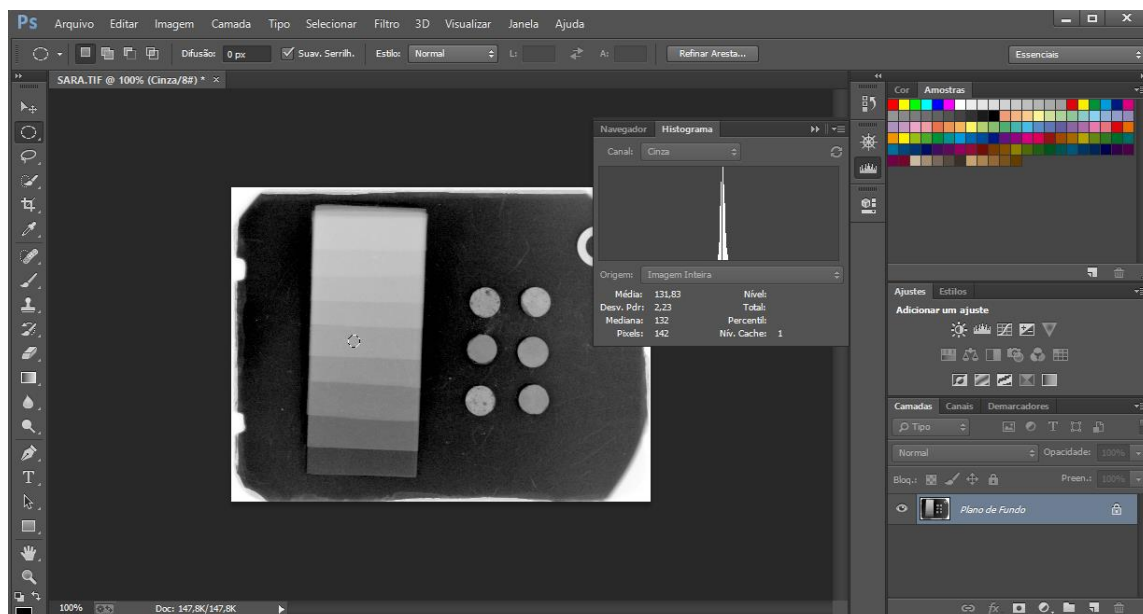


Fig. 8 Determinação da densidade radiográfica (em pixels) dos degraus da escada de alumínio e das amostras de ProRoot MTA e EndoCem MTA na ferramenta “Histograma” do software Adobe Photoshop 8.0 (EUA).

Foram obtidas as médias da densidade radiográfica de cada degrau da escada de alumínio (Tabela III) e de três pontos de cada amostra (Tabela IV).

Tabela III – Densidade Radiográfica dos degraus da escada de alumínio (pixel)

Degrau da escada de alumínio	DR (pixel)
1	36,66
2	70,30
3	93,90
4	114,36
5	131,83
6	146,02
7	159,27
8	170,07
9	179,61

Tabela IV – Média das Densidades Radiográficas do ProRoot MTA e EndoCem MTA.

Material	Média da Densidade Radiográfica (pixel)				
ProRoot MTA	Amostra A	Ponto A1	120,17		
		Ponto A2	119,08	119,61	
		Ponto A3	119,57		
	Amostra C	Ponto C1	129,01		
		Ponto C2	129,97	127,00	126,96
		Ponto C3	122,02		
	Amostra D	Ponto D1	139,66		
		Ponto D2	139,76	134,26	
		Ponto D3	123,37		
EndoCem MTA	Amostra B	Ponto B1	102,40		
		Ponto B2	103,59	102,33	
		Ponto B3	101,01		
	Amostra E	Ponto E1	112,51		
		Ponto E2	116,20	114,16	110,01
		Ponto E3	113,78		
	Amostra F	Ponto F1	115,15		
		Ponto F2	111,95	113,54	
		Ponto F3	113,51		

De seguida, foi elaborado um gráfico com a espessura de alumínio dos degraus da escada (mm) x densidade radiográfica (pixel) e determinada uma linha de tendência logarítmica que melhor se adaptasse aos pontos obtidos (Gráfico 1).

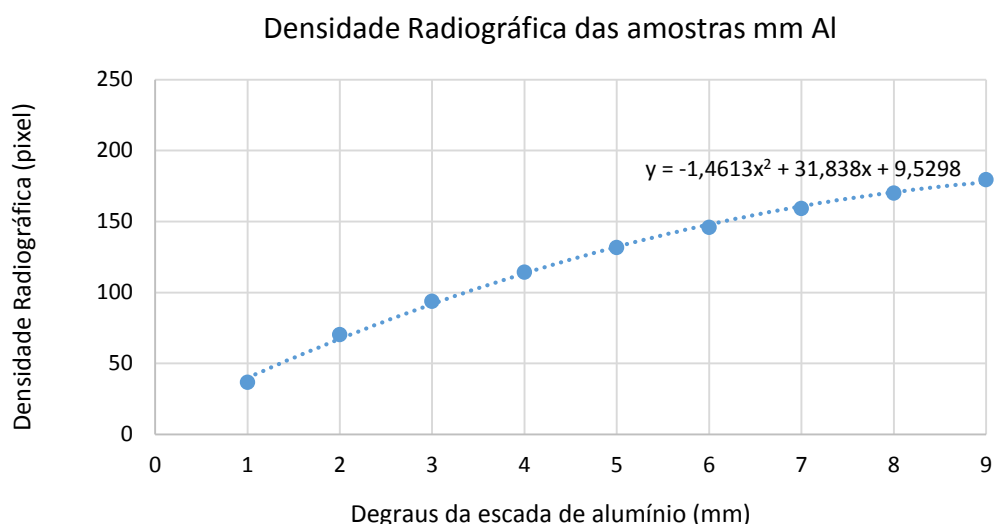


Gráfico 1. Determinação da densidade radiográfica do ProRoot MTA e do EndoCem MTA em mm Al através da linha de tendência da variação de densidade radiográfica ao longo dos degraus da escada de alumínio.

Os valores de densidade radiográfica em mm de alumínio (mm Al) dos cimentos estudados foram obtidos através da equação da linha de tendência, substituindo o valor de y na equação – densidade radiográfica de cada amostra, obtendo-se o equivalente em milímetros de alumínio (mm Al) (x).

No Gráfico 2 podemos observar a variação dos valores de pH do meio de pH neutro quando em contacto com o ProRoot MTA e EndoCem MTA, tendo sido verificados valores de pH alcalinos durante todo o período de estudo. O máximo valor para ambos os cimentos foi atingido ao segundo dia, ocorrendo, depois um decréscimo do pH que permaneceu, contudo, dentro dos valores de alcalinidade.

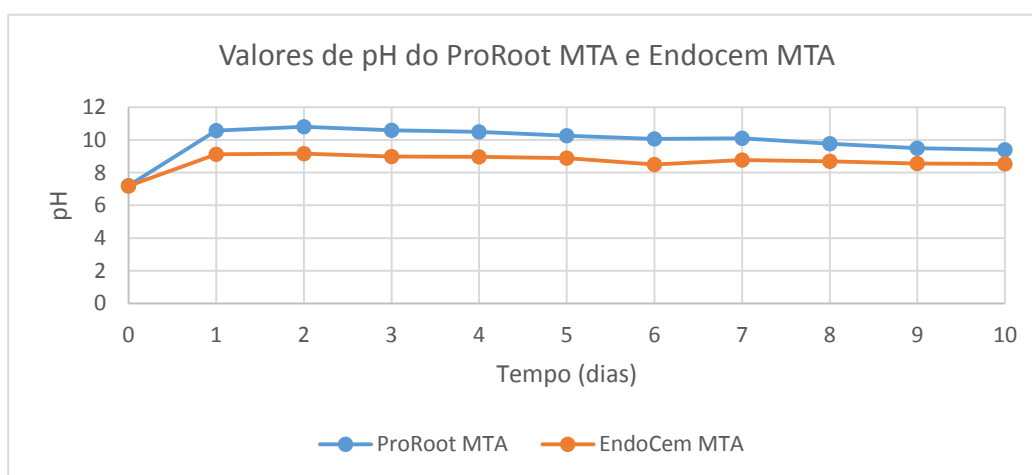


Gráfico 2. Variação do valor de pH do meio quando em contacto com os cimentos ProRoot MTA e EndoCem MTA, ao longo de dez dias.

DISCUSSÃO

DISCUSSÃO

Idealmente, um material de preenchimento radicular deve ser biocompatível, ter excelente capacidade de selamento apical, ser fácil de manipular, ter baixo custo monetário e sucesso clínico a longo prazo⁽⁵²⁾.

Nesta monografia, foram avaliados o tempo de presa, radiopacidade e potencial hidrogeniônico de dois cimentos endodônticos silico-cálcicos à base de agregado de trióxido mineral - ProRoot MTA (Dentsply, Tulsa, OK, EUA) e o EndoCem MTA (Maruchi, Wonju-si, South Korea).

O primeiro MTA desenvolvido era cinzento (GMTA) mas provocava pigmentação da estrutura dentária. Consequentemente foi desenvolvido o MTA branco (WMTA) que despoletava as mesmas reações na polpa dentária que o GMTA⁽⁵³⁾, sendo a principal diferença a concentração de metais de óxido como Al_2O_3 , MgO e FeO, que seriam os principais agentes de pigmentação⁽⁵⁴⁾. Ainda assim, foram reportados alguns casos de pigmentação dentária provocada pelo WMTA^(39,55,56).

Para avaliação das propriedades de cimentos dentários, existem duas normas ISO que podem ser usadas (ISO 6876⁽⁵⁷⁾ e ISO 9917⁽⁵⁸⁾). A ISO 6876⁽⁵⁷⁾ – Dental Root Canal Sealing Materials, para materiais seladores de canais radiculares é a mais utilizada para os cimentos silico-cálcicos, apesar de o MTA não ser empregue como um material selador radicular convencional em combinação com cones de guta-percha. A ISO 9917.1⁽⁵⁸⁾ – Dentistry: Water-based Cements, foi idealizada para cimentos que tomam presa através de uma reação ácido-base e, portanto, será mais indicada para cimentos à base de ionómero de vidro. Desta forma, a norma ISO aplicada neste estudo foi a 6876:2012⁽⁵⁷⁾.

O tempo de presa refere-se ao período de tempo desde o final da espatulação do cimento até ao seu endurecimento. Trata-se de um parâmetro importante na prática clínica por fornecer dados que indicam o intervalo de tempo que o clínico terá disponível para realizar uma intervenção⁽⁵⁹⁻⁶¹⁾. Depende dos constituintes do cimento, do tamanho das partículas, da temperatura ambiente e da humidade relativa⁽⁴¹⁾. As reações de tempo de presa são complexas, pelo que a superfície do produto pode estar endurecida mas a massa interna demorar a tomar presa por um extenso período de tempo⁽⁶²⁾.

Cada material deve ter um tempo de presa adequado à sua indicação clínica, não devendo ser tão longo que prejudique a conclusão da conduta clínica e nem tão curto que não permita finalizar o trabalho de forma adequada. No caso de cimentos obturadores endodônticos, um tempo de presa longo pode ser uma vantagem por facilitar a aplicação do material no interior do canal e se necessário a sua remoção logo após a utilização. Por outro lado, com um endurecimento lento pode ocorrer deterioração do cimento favorecendo a penetração de agentes irritantes e liberação de possíveis produtos tóxicos⁽⁶³⁾.

O desenvolvimento de cimentos à base de MTA de presa rápida tem sido objeto de estudo de muitas pesquisas^(64,65). No entanto, a maioria das abordagens traduziu-se na adição de aceleradores químicos, alguns dos quais demonstraram ter efeitos químicos e biológicos adversos^(17, 36, 66).

A constituição do EndoCem é muito semelhante à do ProRoot, pelo que o curto tempo de presa do EndoCem, mesmo não contendo nenhum acelerador na sua fórmula química, se deve ao pequeno tamanho das partículas de pozolanas que promove maior superfície de contacto com o líquido, que também promove maior facilidade de cicatrização^(28,30,67). Um material à base de pozolanas é constituído por silício ou silício e alumínio que, na presença de água, reage quimicamente com o hidróxido de cálcio, produzindo um material com propriedades de cimentação⁽²⁵⁾. Durante a reação pozolânica verifica-se um decréscimo gradual na concentração de hidróxido de cálcio livre, que exerce efeitos negativos nas propriedades mecânicas e durabilidade do cimento. Por outro lado, durante esta reação, há formação de silicato de cálcio hidratado e de aluminato de cálcio hidratado, que melhoram a resistência do material⁽²⁶⁾.

Avaliando o tempo de presa (descrito na tabela II – Resultados), verificou-se que o do EndoCem endureceu em cerca de 17 min, significativamente mais rápido do que o ProRoot, com tempo de presa de 318 min, portanto, superior a 5 horas. Este valor não é compatível com as observações de Torabinejad *et al* 1995⁽¹¹⁾ (2h e 15 min) mas está de acordo com o determinado por Song *et al* 2014⁽⁵⁰⁾ (318±56 min). Os valores de EndoCem são consistentes com os apresentados por Song *et al* 2014⁽⁵⁰⁾ (15,3±0,5 min) que seguiram uma metodologia similar, mas foram diferentes dos valores obtidos no estudo de Choi *et al* 2013⁽⁴⁶⁾ (4,5±0,5 min).

Assim, o EndoCem pode ser aplicado numa sessão de tratamento única, sem a necessidade de marcação de consulta suplementar em casos de tratamento de polpas vitais, já que o clínico pode realizar a restauração completa, incluindo ataque ácido e aplicação de adesivo no mesmo dia⁽⁶⁸⁾.

Como já foi discutido, o longo tempo de presa é uma das principais desvantagens apontadas ao ProRoot MTA. Este material é essencialmente constituído por cimento de Portland e óxido de bismuto na proporção de 4:1, sendo este último adicionado para conferir radiopacidade. No entanto, o óxido de bismuto é conhecido por, para além de diminuir a capacidade de resistência e durabilidade da matriz de cimento, retardar a reação de hidratação e prolongar o tempo de presa. Têm, também, sido reportados casos em que a presença de óxido de bismuto provocou reações iniciais de toxicidade em células da polpa dentária e ligamento periodontal humanos. Assim, têm sido considerados agentes de radiopacidade alternativos com propriedades biológicas e físico-químicas superiores. É o caso do óxido de zircónia, presente em alguns cimentos silico-cálcicos de presa rápida⁽⁶⁸⁾, como o EndoCem.

No presente estudo, para o teste da radiopacidade, foi utilizada a metodologia desenvolvida por Tagger e Katz (2004)⁽⁶⁹⁾, na qual a radiopacidade dos materiais é calculada através da padronização das amostras radiografadas junto a uma escada de alumínio. As radiografias são digitalizadas e a radiopacidade das amostras é comparada com a dos degraus da escada, através de software de computador. Esta metodologia tem-se demonstrado útil para determinar a radiopacidade dos materiais testados de uma forma simples e facilmente reproduzível com resultados fiáveis⁽⁷⁰⁾.

Segundo a norma ISO 6876:2012⁽⁵⁷⁾ os materiais de preenchimento radicular devem ter radiopacidade equivalente a, pelo menos, 3mm Al. Shah *et al* (1996)⁽⁷¹⁾ afirmaram que os materiais retroobturadores devem ser distinguíveis do osso e dentina radicular adjacente e que os materiais com radiopacidade inferior a 3mm Al não conseguem cumprir este requisito. Tagger e Katz (2004)⁽⁶⁹⁾ enfatizaram a necessidade do estabelecimento de normas internacionais que regulamentem a padronização da radiopacidade dos materiais de preenchimento radicular, dada a grande variabilidade de valores observados nos estudos em que tais materiais são utilizados. Na verdade, a vasta gama de valores de radiopacidade descritos na literatura podem ser devidos a variações na metodologia, como a voltagem, a

distância da película radiográfica em relação ao foco e o modo de preparação dos materiais⁽⁷²⁾.

A radiopacidade é uma propriedade muito importante para todos os materiais restauradores, por terem que ser detetados em radiografia, e, assim, distinguido das estruturas anatómicas circundantes^(73,74). Facto que se reveste de total importância já que estes materiais são aplicados em camadas de fina espessura, em comparação com os usuais materiais obturadores (gutta-percha com cimento)⁽⁷⁵⁾. Para além disso, permite verificar a qualidade da obturação depois do tratamento e durante o período de follow-up⁽⁵¹⁾.

A radiopacidade de cada material estudado está descrita na tabela II (Capítulo dos Resultados) em milímetros de alumínio. O ProRoot apresentou um valor de radiopacidade mais elevado (4,70 mm Al) do que o EndoCem (3,83 mm Al).

Em testes anteriores foi determinado que o valor de radiopacidade do ProRoot está no intervalo de 4,5 a 8mm Al^(70,76,77). No que respeita ao EndoCem, até à data de entrega desta monografia ultrapassou-nos a existência de publicações onde constem valores referentes à radiopacidade. Este material apresentou radiopacidade estatisticamente menor que o ProRoot, talvez devido ao facto de o óxido de bismuto, principal agente radiopacificador, estar em menor proporção. No entanto, o EndoCem pode ser utilizado já que o valor de radiopacidade é superior ao mínimo estipulado pela norma ISO acima referida.

Os resultados demonstraram que ambos os materiais apresentaram um pH alcalino durante o período de estudo. Tal facto é devido à formação de hidróxido de cálcio durante a reação de hidratação do cimento de Portland⁽³⁷⁾. É consensual que a alta alcalinidade de um material é a grande responsável pela formação de dentina reparadora *in vivo*⁽⁷⁸⁾. Quando um material com elevado pH contacta com tecido pulpar desencadeia uma reação que é responsável pela diferenciação odontoblástica de células pulpares. Consequentemente as células diferenciadas em odontoblastos vão formar dentina reparadora sobre o tecido pulpar exposto^(79,80). Por outro lado, o pH alcalino de um material está diretamente relacionado com a sua atividade antibacteriana⁽⁶⁶⁾.

A atividade alcalinizante dos cimentos silico-cálcicos tem sido descrita por vários autores^(63,81,82). Foi demonstrado por Gandolfi *et al* (2013)⁽⁸¹⁾ que os cimentos à base de MTA

aumentam significativamente o pH, maioritariamente entre as 3h e os 7 dias. No presente estudo, assim que entraram em contacto com o meio líquido, ambos os cimentos aumentaram significativamente o pH até ao 2º dia. Após esse período, observou-se uma ligeira redução destes valores, que, no entanto, continuaram no domínio da alcalinidade.

Por fim, importa referir que, durante a preparação dos cimentos, foi notada uma diferença bastante significativa entre a manipulação do ProRoot e do EndoCem. Este foi mais fácil de espatular do que o ProRoot, permitindo a obtenção de uma mistura mais homogénea, sem grumos, menos friável e com maior facilidade de colocação nos moldes. Tal facto pode ser evidenciado pela análise da imagem radiográfica obtida no teste da radiopacidade (Fig. 7), onde se verifica que as amostras de EndoCem (B, E, F) são mais homogéneas que as de ProRoot, mais porosas (A, C, D).

CONCLUSÃO

CONCLUSÃO

O cimento silico-cálcico EndoCem MTA, apresentou valores de tempo de presa, inferiores ao cimento silico-cálcico ProRoot MTA, propriedade desejável e favorável à sua utilização clínica.

Os valores de radiopacidade de ambos os cimentos silico-cálcicos estudados são considerados razoáveis, uma vez que foram superiores ao mínimo estipulado pela norma ISO. No entanto, o cimento silico-cálcico ProRoot MTA apresentou valores de radiopacidade superiores, podendo ser considerada uma vantagem.

Ambos os materiais apresentam um pH alcalino durante o período de estudo, comportamento característico dos cimentos silico-cálcicos.

A avaliação das propriedades dos cimentos silico-cálcicos analisadas no presente estudo permitem considerar que o cimento silico-cálcico EndoCem MTA poderá ser utilizado na prática clínica de Medicina Dentária como alternativa ao cimento silico-cálcico ProRoot MTA.

BIBLIOGRAFIA

BIBLIOGRAFIA

1. Guastaldi AC, Aparecida AH. Fosfatos de cálcio de interesse biológico: importância como biomateriais, propriedades e métodos de obtenção de recobrimentos. *Quim Nova* 2010;33(6):1352-8.
2. Williams, DF. Definitions in biomaterials. Proceedings of a consensus conference of the european society for biomaterials, Vol. 4. Chester, England, March 3-5 1986. New York: Elsevier, 1987.
3. Saha S, Saha P. Bioethics and applied biomaterials. *J Biomed Mater Res: Appl Biomat* 1987; 21: 181-190.
4. Weldon JK, Pashley DH, Loushine RJ, S  ller RN, Kimbrough WR. Sealing ability of mineral trioxide aggregate and super-EBA when used as furcation repair materials: a longitudinal study. *J Endod* 2002;28:467-70.
5. Lee SJ, Monsef M, Torabinejad M. Sealing ability of a mineral trioxide aggregate for repair of lateral root perforations. *J Endod*. 1993;19:541–544.
6. Yang, J.; Han, S.; Zheng, H.; Dong, H.; Liu, J. Preparation and application of micro/nanoparticles based on natural polysaccharides. *Elsevier Journal*. 2015
7. Rezende, T. Agregado de tri  xido mineral(MTA) e resposta imune: da T imunidade inata    reabsor       ssea periapical. Belo Horizonte. 2008
8. Tsatsas DV, Meliou HA, Kerezoudis NP. Sealing effectiveness of materials used in furcation perforation in vitro. *Int Dent J* 2005;55:133–41.
9. Vajrabhaya LO, Korsuwannawong S, Jantararat J, Korre S. Biocompatibility of furcal perforation repair material using cell culture technique: Ketac Molar versus Pro-Root MTA. *Oral Surg Oral Med Oral Pathol Oral Radiol Endod* 2006;102:e48–50.
10. Song JS, Mante FK, Romanow WJ, Kim S. Chemical analysis of powder and set forms of Portland cement, gray ProRoot MTA, white ProRoot MTA and gray MTA Angelus. *Oral Surg Oral Med Oral Pathol Oral Radiol Endod* 2006; 102:809-15.

11. Torabinejad M, Hong CU, Lee SJ, Monsef M, Pitt Ford TR. Investigation of mineral trioxide aggregate for root-filling in dogs. *J Endod.* 1995;21:603–608.
12. Camileri, J.; Montesin, F.E.; DI Silvio, L.; Pitt Ford, T.R. The chemical constitution and biocompatibility of accelerated portland cement for endodontic use. *International Endodontic Journal*, Oxford, v. 38, p. 834-842, 2005.
13. Islam I, Chng HK, Yap AU. Comparison of the physical and mechanical properties of MTA and Portland cement. *J Endod.* 2006; 32(3):193-7.
14. Lee SJ, Cho OI, Yum J, et al. Physical properties of novel composite using Portland cement for retro-filling material. *J Kor Acad Cons Dent* 2010;35:445–52.
15. Wilkinson KL, Beenson TJ, Kirkpatrick TC, Fracture resistance of simulated immature teeth filled with resilon, gutta-percha or composite. *J Endod* 2007;33:480-3.
16. Nandini S, Bellal S, Kandas Wamy D. Influence of glass-ionomer cement on the interface and setting reaction of mineral trioxide aggregate when used as a furcal repair material using laser Raman spectroscopic analysis. *J Endod* 2007;33:167-72.
17. Kogan P, He J, Glickman GN, Watanabe I. The effects of various additives on setting properties of MTA. *J Endod* 2006;32:569–72.
18. Ber BS, Hatton JF, Stewart GP. Chemical modification of ProRoot MTA to improve handling characteristics and decrease setting time. *J Endod* 2007;33:1231–4.
19. AlAnezi AZ, Zhu Q, Wang YH, et al. Effect of selected accelerants on setting time and biocompatibility of mineral trioxide aggregate (MTA). *Oral Surg Oral Med Oral Pathol Oral Radiol Endod* 2011;111:122–7.
20. Abdullah D, Ford TR, Papaioannou S, Nicholson J, McDonald F. An evaluation of accelerated Portland cement as a restorative material. *Biomaterials* 2002; 23:4001-10.
21. Nekoofar MH, Stone DF, Dummer PM. The effect of blood contamination on the compressive strength and surface microstructure of mineral trioxide aggregate. *Int Endod J* 2010;43:782–91.
22. Kim Y, Lee CY, Kim E, Jung IL. Failure of orthograde MTA filling: MTA wash-out. *J Kor Acad Cons Dent* 2011;36:510–4.

23. Hsieh SC, Teng NC, Lin YC, et al. A novel accelerator for improving the handling properties of dental filling materials. *J Endod* 2009;35:1292–5.
24. McCabe PS. The clinical applications of mineral trioxide aggregate. *J Ir Dent Assoc.* 2003;49:123–131.
25. American Concrete Institute (ACI). *Cement and Concrete Terminology*, ACI 116R. Farmington Hills, MI: American Concrete Institute; 2000.
26. Askarinejad A, Pourkhorshidi AR, Parhizkar T. Evaluation the pozzolanic reactivity of sonochemically fabricated nano natural pozzolan. *Ultrason Sonochem* 2012;19: 119–24.
27. Krupp C, Bargholz C, Brusehaber M, Hulsmann M (2013) Treatment outcome after repair of root perforations with mineral trioxide aggregate: a retrospective evaluation of 90 teeth. *Journal of Endodontics* 39, 1364–8.
28. Lin F, Meyer C. Hydration kinetics modeling of Portland cement considering the effects of curing temperature and applied pressure. *Cement Concr Res* 2009;39: 255–65.
29. Mente J, Leo M, Panagidis D et al. (2013) Treatment outcome of mineral trioxide aggregate in open apex teeth. *Journal of Endodontics* 39, 20 –6.
30. Byun SH, Kim HC, Kim JY, et al. Effect of cement particle size on properties of ordinary Portland cement. *J Kor Ceram Soc* 2010;47:394–400.
31. Saidon J, He J, Zhu Q, Safavi K, Spangberg LS . Cell and tissue reactions to mineral trioxide aggregate and Portland cement. *Oral Surg Oral Med Oral Pathol Oral Radiol Endod*, v. 95, n. 4, p.483-489, 2003.
32. De-Deus G, Reis C, Brandão C, Fidel S, Fidel RA. The ability of Portland cement, MTA and MTA Bio to prevent through-and-through fluid movement in repaired furcal perforations. *J Endod.* 2007;33:1374–1377.

33. Schwartz RS, Mauger M, Clement DJ, Walker WA, III . Mineral trioxide aggregate: a new material for endodontics. J Am Dent Assoc, v. 130, n. 7, p.967-975, 1999.
34. Roberts HW, Toth JM, Berzins DW, Charlton DG. Mineral trioxide aggregate material use in endodontic treatment: a review of the literature. Dent Mater.2008;24:149–164.
35. Camilleri, J.; Montesin, F.E.; Curtis, R.V.; Pitt Ford, T.R. Characterization of Portland cement for use as a dental restorative material. Dental Materials, Kidlington, v. 22, p. 569-575, 2006.
36. Ber, B.S.; Hatton, J.F.; Stewart, G.P. Chemical modification of Pro-Root MTA to improve handling characteristics and decrease setting time. Journal of Endodontics, Baltimore, v. 33, n. 10, p. 1231-1234, 2007.
37. Camilleri J (2007) Hydration mechanisms of mineral trioxide aggregate. Int Endod J 40:462–70
38. Gandolfi MG, Iacono F, Agee K et al. (2009) Setting time and expansion in different soaking media of experimental accelerated calcium-silicate cements and ProRoot MTA. Oral Surgery Oral Medicine Oral Pathology Oral Radiology & Endodontology 108, e39–45.
39. Nekoofar MH, Stone DF, Dummer PMH (2010) The effect of blood contamination on the compressive strength and surface microstructure of mineral trioxide aggregate. International Endodontic Journal 43, 782–91.
40. Kang JS, Rhim EM, Huh SY et al. (2012) The effects of humidity and serum on the surface microhardness and morphology of five retrograde filling materials. Scanning 34, 207–14.
41. Vitti RP, Prati C, Silva EJ, Sinhoreti MAC, Zanchi CH, Souza e Silva MG, et al. Physical Properties of MTA Fillapex Sealer. J Endod 2013; 39(7):915-8.
42. Han L, Kodama S, Okiji T. Evaluation of calcium-releasing and apatite-forming abilities of fast-setting calcium silicate-based endodontic materials. Int Endod J. 2015 (in press). doi:10.1111/iej.12290.
43. Camilleri J (2008) Modification of mineral trioxide aggregate. Physical and mechanical properties. International Endodontic Journal 41, 843–9.

44. Gandolfi MG, Siboni F, Prati C (2012) Chemical-physical properties of TheraCal, a novel light-curable MTA-like material for pulp capping. *International Endodontic Journal* 45, 571–9.
45. Oliveira IR, Pandolfelli VC, Jacobovitz M (2010) Chemical, physical and mechanical properties of a novel calcium aluminate endodontic cement. *International Endodontic Journal* 43, 1069–76.
46. Choi Y, Park SJ, Lee SH, et al. Biological effects and washout resistance of a newly developed fast-setting pozzolan cement. *J Endod* 2013;39:467–72.
47. Jang J-H, Kang M, Ahn S et al. (2013) Tooth discoloration after the use of new pozzolan cement (Endocem) and mineral trioxide aggregate and the effects of internal bleaching. *Journal of Endodontics* 39, 1598–602.
48. Song, M. *et al.* Cytotoxicity of newly developed pozzolan cement and other root-end filling materials on human periodontal ligament cell. *The Korean Academy of Conservative Dentistry*. 2014.
49. Saeed Asgary, Mohammad Jafar Eghbal, Masoud Parirokh, Jamileh Ghoddusi, Sanam Kheirieh, Frank Brink. Comparison of mineral trioxide aggregate's composition with Portland cements and a new endodontic cement. *JOE — Volume 35, Number 2, February 2009*
50. Song M, Yoon T-S, Kim S-Y, Kim E. Cytotoxicity of newly developed pozzolan cement and other root-end filling materials on human periodontal ligament cell. *Restorative Dentistry & Endodontics*. 2014;39(1):39-44. doi:10.5395/rde.2014.39.1.39.
51. Raqueli Viapianaa, Juliane Maria Guerreiro-Tanomarua, Marco Antonio Hungaro-Duarte b, Mário Tanomaru-Filho a, Josette Camilleri. Chemical characterization and bioactivity of epoxy resin and Portland cement-based sealers with niobium and zirconium oxide radiopacifiers. *Dental materials* 30 (2014) 1005-1020.
52. Johnson BR. Considerations in the selection of a root-end filling material. *Oral Surg Oral Med Oral Pathol Oral Radiol Endod* 1999; 87:398-404.
53. Gilman JJ. Chemical and physical “hardness”. *Materials Research Innovations* 1997; 1:71-6.

54. Coleman NJ, Nicholson JW, Awosanya K. A preliminary investigation of the in vitro bioactivity of white Portland cement. *Cement and Concrete Research* 2007; 37:1518-23.
55. Namazikhah MS, Nekoofar MH, Sheykhrezae MS, et al. The effect of pH on surface hardness and microstructure of mineral trioxide aggregate. *Int Endod J* 2008;41:108-16.
56. Vanderweele RA, Schwartz SA, Beeson TJ. Effect of blood contamination on retention characteristics of MTA when mixed with different liquids. *J Endod* 2006;32:421-4.
57. ISO-6876. Dental Root Canal Sealing Materials. Geneva, Switzerland: International Organization for Standardization; 2012.
58. International Organization for Standardization. Dentistry: Water-based Cements. International Standard; ISO 9917-1. 2nd ed. Geneva: ISO; 2007.
59. Neal, A.A.; Walton, R.E.; Schaffer, M. Setting times for endodontic Sealers under clinical usage and in vitro conditions. *Journal of Endodontics*, Baltimore, v.27, n.6, p.421-423, 2001.
60. Lee, K.W.; Williams, M.C.; Camps, J.J.; Pashley, D.H. Adhesion of endodontic sealers to dentin and gutta-percha. *Journal of Endodontics*, Baltimore, v.28, p.684-688, 2002.
61. Nielsen, B.A.; Beeler, W.J.; VY, C. J. ;Baumgartner, J.C. Setting times of resilon and other sealers
62. Orstavik D. Materials used for root canal obturation: technical, biological and clinical testing. *Endod Topics* 2005; 12:25-38.
63. Duarte MAH, MinottiPG, RodriguesCT, ZapataRO, BramanteCM, Tanomaru Filho M, Vivan RR, Gomes de Moraes I, Bombarda de Andrade F (2012) Effect of different radiopacifying agents on the physicochemical properties of white Portland cement and white mineral trioxide aggregate. *J Endod* 38:394–7
64. AlAnezi AZ, Zhu Q, Wang YH, et al. Effect of selected accelerants on setting time and biocompatibility of mineral trioxide aggregate (MTA). *Oral Surg Oral Med Oral Pathol Oral Radiol Endod* 2011;111:122–7.

65. Hsieh SC, Teng NC, Lin YC, et al. A novel accelerator for improving the handling properties of dental filling materials. *J Endod* 2009;35:1292–5.
66. Torabinejad M, Parirokh M. Mineral trioxide aggregate: a comprehensive literature review—part II: leakage and biocompatibility investigations. *J Endod* 2010;36: 190–202.
67. Parirokh M, Torabinejad M. Mineral trioxide aggregate: a comprehensive literature review—part I: chemical, physical, and antibacterial properties. *J Endod* 2010;36: 16–27.
68. Kyoung-A, KIM, Yeon-Mi YANG, Young-Sun KWON, Yun-Chan HWANG, Mi-Kyung YU, and Kyung-San MIN. Odontogenic effects of a fast-setting calcium-silicate cement containing zirconium oxide. *Dental Materials Journal* 2015
69. M.Tagger and A.Katz, “A standard for radiopacity of root-end (retrograde) filling materials is urgently needed”, *International Endodontic Journal*, vol. 37, no. 4, pp.260-264, 2004.
70. Tanomaru-Filho M, Silva GF, Duarte MAH, Gonçalves M, Guerreiro-Tanomaru JM (2008) Radiopacity evaluation of root-end filling materials by digitization of images. *J Appl Oral Sci* 16:376–9 10.
71. Shah PMM, Chong BS, Sidhu SK, Ford TRP. Radiopacity of potential root-end filling materials. *Oral Surg Oral Med Oral Pathol*. 1996;81:476- 9.
72. B.C.Cavenago,T.C.Pereira,M.A.H.Duarteetal.,“Influence of powder-to-water ratio on radiopacity, setting time, pH, calcium ion release and a micro-CT volumetric solubility of white mineral trioxide aggregate,” *International Endodontic Journal*,2013.
73. Beyer-Olsen EM, Orstavik D. Radiopacity of root canal sealers. *Oral Surg Oral Med Oral Pathol*. 1981 Mar; 51(3):320-8.
74. Duarte MA, Ordinola-Zapata R, Bernardes RA, Bramante CM, Bernardineli N, Garcia RB, et al. Influence of calcium hydroxide association on the physical properties of AH Plus. *Journal of Endodontics* 2010;36:1048–51.

75. E. A. Bortoluzzi, J. M. Guerreiro-Tanomaru, M. TanomaruFilho, and M. A. H. Duarte, "Radiographic effect of different radiopacifiers on a potential retrograde filling material," *Oral Surgery, Oral Medicine, Oral Pathology, Oral Radiology and Endodontology*, vol.108,no.4,pp.628–632,2009.
76. Camilleri J, Gandolfi MG (2010) Evaluation of the radiopacity of calcium silicate cements containing different radiopacifiers. *Int Endod J* 43:21–30
77. Guilherme F. Silva & Mário Tanomaru-Filho & Maria I. B. Bernardi & Juliane M. Guerreiro-Tanomaru & Paulo S. Cerri. Niobium pentoxide as radiopacifying agent of calcium silicate-based material: evaluation of physicochemical and biological properties. *Clin Oral Invest*. 2015
78. Ferracane JL, Cooper PR, Smith AJ. Can interaction of materials with the dentin-pulp complex contribute to dentin regeneration? *Odontology* 2010; 98: 2-14.
79. Schröder U, Granath LE: Early reaction of intact human teeth to calcium hydroxide following experimental pulpotomy and its significance to the development of hard tissue barrier. *Odontol Revy* 1971; 22: 379-395.
80. Lee JB, Park SJ, Kim HH, Kwon YS, Lee KW, Min KS. Physical properties and biological/odontogenic effects of an experimentally developed fast-setting α -tricalcium phosphatebased pulp capping material. *BMC Oral Health* 2014; 14: 87.
81. Gandolfi MG, Taddei P, Modena E, Siboni F, Prati C (2013) Biointeractivity-related vs chemi/physisorption-related apatite precursor-forming ability of current root end filling materials. *J Biomed Mater Res B* 101B:1107–23
82. Gandolfi MG, Siboni F, Botero T, Bossù M, Riccitiello F, Prati C (2014) Calcium silicate and calcium hydroxide materials for pulp capping: biointeractivity, porosity, solubility and bioactivity of current formulations. *J Appl Biomater Funct Mater*.

ANEXOS

Anexo I - Tratamento estatístico dos resultados do teste do tempo de presa

Material	Tempo de presa (min)			
ProRoot MTA	Amostra A	Ponto A1	318	
		Ponto A2	317	317,33
		Ponto A3	317	
	Amostra B	Ponto B1	319	
		Ponto B2	317	318
		Ponto B3	318	318
	Amostra C	Ponto C1	319	
		Ponto C2	319	318,67
		Ponto C3	318	
EndoCem MTA	Amostra D	Ponto D1	17	
		Ponto D2	17	17
		Ponto D3	17	
	Amostra E	Ponto E1	17	
		Ponto E2	18	17,33
		Ponto E3	17	17
	Amostra F	Ponto F1	18	
		Ponto F2	17	16,67
		Ponto F3	15	

Estatísticas de grupo

	Material	N	Média	Desvio Padrão	Erro padrão da média
Tempo de Presa (min)	ProRoot_MTA	3	318,0000	,33000	,19053
	EndoCem_MTA	3	17,0000	,41789	,24127

Case Processing Summary

	Material	Cases					
		Valid		Missing		Total	
		N	Percent	N	Percent	N	Percent
Densidade Radiográfica (pixel)	ProRoot_MTA	3	100,0%	0	0,0%	3	100,0%
	EndoCem_MTA	3	100,0%	0	0,0%	3	100,0%

Teste Mann-Whitney

	Material	N	Mean Rank	Sum of ranks
Tempo de Presa (min)	ProRoot_MTA	3	5,00	15,00
	EndoCem_MTA	3	2,00	6,00
	Total	6		

Estatísticas de teste^a

	Tempo de Presa (min)
U de Mann-Whitney	,000
Wilcoxon W	6,000
Z	-1,964
Significância Sig. (2 extremidades)	,050
Sig exata [2*(Sig. de 1 extremidade)]	,100 ^b

a. Variável de Agrupamento: Material

b. Não corrigido para vínculos.

Anexo II - Tratamento estatístico dos resultados do teste da radiopacidade

Descriptive Statistics

Material		N	Minimum	Maximum	Mean		Std. Deviation
		Statistic	Statistic	Statistic	Statistic	Std. Error	Statistic
ProRoot	Densidade Radiográfica (pixel)	3	119,61	134,26	126,9567	4,22915	7,32510
_MTA	Valid N (listwise)	3					
EndoCe	Densidade Radiográfica (pixel)	3	102,33	114,16	110,0100	3,84417	6,65830
m_MTA	Valid N (listwise)	3					

Mann-Whitney Test

Ranks

	Material	N	Mean Rank	Sum of Ranks
Densidade Radiográfica (pixel)	ProRoot_MTA	3	5,00	15,00
	EndoCem_MTA	3	2,00	6,00
	Total	6		

Estatísticas de teste^a

	Densidade Radiográfica (pixel)
Mann-Whitney U	,000
Wilcoxon W	6,000
Z	-1,964
Asymp. Sig. (2-tailed)	,050
Exact Sig. [2*(1-tailed Sig.)]	,100 ^b

a. Variável de Agrupamento: Material

b. Não corrigido para vínculos.

Anexo III - Tratamento de dados dos resultados do teste do pH

O gráfico obtido no capítulo dos Resultados foi elaborado com base nos valores que se seguem. Note-se que as médias das medições do potencial hidrogeniônico foi feita através das concentrações do íão H^+ (mol/L) obtidas com a fórmula $[H^+] = 10^{-pH}$. Depois de obtidas as médias, os valores foram convertidos, de novo, para pH através da fórmula $pH = -\log[H^+]$

Dia	ProRoot MTA		EndoCem MTA	
	pH	Concentração H^+ mol/L	pH	Concentração H^+ mol/L
0	7,21	$6,16595E^{-08}$	7,17	$6,61E^{-08}$
	7,23		7,19	
	7,19		7,18	
1	9,95	$2,69153E^{-11}$	9,32	$7,59E^{-10}$
	10,82		8,96	
	10,94		9,08	
2	10,95	$1,58489E^{-11}$	9,20	$6,92E^{-10}$
	11,05		8,99	
	10,41		8,29	
3	9,80	$2,63027E^{-11}$	9,43	$1,02E^{-09}$
	10,98		8,82	
	10,97		8,73	
4	9,65	$3,23594E^{-11}$	9,50	$1,07E^{-09}$
	10,82		8,76	
	10,99		8,64	
5	9,25	$5,62341E^{-11}$	8,82	$1,29E^{-09}$
	10,88		8,78	
	10,62		9,06	
6	10,70	$8,70964E^{-11}$	8,77	$3,16E^{-09}$
	10,34		8,43	
	9,14		8,29	
7	9,72	$8,12831E^{-11}$	8,67	$1,74E^{-09}$
	10,65		8,63	
	9,89		8,99	
8	9,87	$1,7378E^{-10}$	8,82	$2,04E^{-09}$
	9,65		8,61	
	9,77		8,65	
9	8,50	$3,23594E^{-10}$	8,78	$2,75E^{-09}$
	10,54		8,45	
	9,42		8,48	
10	8,84	$3,98107E^{-10}$	8,53	$2,88E^{-09}$
	10,46		8,56	
	8,91		8,53	

DECLARAÇÃO

Monografia de Investigação

Declaro que o presente trabalho, no âmbito da Monografia de Investigação/Relatório de Atividade Clínica, integrada no MIMD, da FMDUP, é da minha autoria e todas as fontes foram devidamente referenciadas.

28/05/2015



Sara Fradinho Arrais

PARECER

Na qualidade de Orientadora da monografia de Mestrado Integrado da estudante **Sara Fradinho Arrais** subordinada ao tema “**Estudo comparativo de duas formas comerciais de cimentos de agregado trióxido mineral**” e tendo recebido da candidata a versão final da monografia, venho apresentar o meu **PARECER**:

- 1- O trabalho de investigação é oportuno, bem estruturado, metodologicamente adequado e bem desenvolvido.
- 2- A candidata tem programada a submissão de uma publicação internacional.
- 3- A dissertação cumpre todas as normas científicas e de apresentação escrita, apresenta o tema de forma clara, define corretamente os objetivos a que se propõe, apresenta uma introdução muito completa e os materiais e métodos minuciosamente descritos. Os resultados estão corretamente apresentados, e são adequada e profundamente discutidos. A bibliografia está relacionada com o tema em investigação.
- 4- Assim, a candidata reúne condições para apresentar a monografia e submeter-se a provas públicas.

Porto, 28 de Maio de 2015

Ana Isabel Pereira Portela
Professora Auxiliar e Orientadora